



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2003-34580

(P 2 0 0 3 - 3 4 5 8 0 A)

(43) 公開日 平成15年2月7日 (2003.2.7)

(51) Int. Cl. ⁷	識別記号	F I	ターマコード (参考)
C04B 35/584		B23B 27/14	B 3C046
B23B 27/14		C04B 35/58	102 L 4G001

審査請求 未請求 請求項の数6 O L (全5頁)

(21) 出願番号 特願2001-222815 (P 2001-222815)

(22) 出願日 平成13年7月24日 (2001.7.24)

(71) 出願人 000002130

住友電気工業株式会社

大阪府大阪市中央区北浜四丁目5番33号

(72) 発明者 吉村 雅司

兵庫県伊丹市昆陽北一丁目1番1号 住友

電気工業株式会社伊丹製作所内

(74) 代理人 100078994

弁理士 小松 秀岳 (外4名)

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 窒化ケイ素系複合焼結体及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 室温から中低温域で優れた機械的特性を有すると共に、低い摩擦係数を有し、耐摩耗性に優れた窒化ケイ素系焼結体およびその製造方法を提供する。

【解決手段】 窒化ケイ素とチタン系窒化物・炭化物及びグラファイトあるいはカーボン及び炭化ケイ素からなる窒化ケイ素系複合焼結体であって、無潤滑中で摺動摩擦係数が0.2以下、比摩耗量が $4.0 \times 10^{-8} \text{ mm}^2/\text{N}$ 以下であることを特徴とする窒化ケイ素系複合焼結体および窒化ケイ素粉末と焼結助剤粉末、金属チタン粉末、グラファイトあるいはカーボン粉末を混合する工程と、混合粉末を成形し成形体とする工程と、該成形体を急速昇温して1300～1600℃で窒素雰囲気下にて焼結する工程とよりなる製造方法である。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 窒化ケイ素とチタン系窒化物・炭化物及びグラファイトあるいはカーボン及び炭化ケイ素からなる窒化ケイ素系複合焼結体であって、無潤滑中で摺動摩擦係数が0.2以下、比摩耗量が $4.0 \times 10^{-8} \text{ mm}^2/\text{N}$ 以下であることを特徴とする窒化ケイ素系複合焼結体。

【請求項2】 チタン系窒化物とチタン系炭化物とが互いに固溶していることを特徴とする請求項1記載の窒化ケイ素系複合焼結体。

【請求項3】 窒化ケイ素粉末と焼結助剤粉末、金属チタン粉末、グラファイトあるいはカーボン粉末を混合する工程と、混合粉末を成形し成形体とする工程と、該成形体を急速昇温して1300～1600℃で素雰囲気下にて焼結する工程とよりなることを特徴とする窒化ケイ素系複合焼結体の製造方法。

【請求項4】 金属チタン粉末の添加量が5～60重量%であることを特徴とする請求項3記載の窒化ケイ素系複合焼結体の製造方法。

【請求項5】 グラファイトあるいはカーボン粉末の添加量が0.5～20重量%であることを特徴とする請求項3又は4記載の窒化ケイ素系複合焼結体の製造方法。

【請求項6】 焼結法が放電プラズマ焼結又はマイクロ波焼結であることを特徴とする請求項3記載の窒化ケイ素系複合焼結体の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、各種機構部材や切削工具・摺動部材等に使用される高耐摩耗・低摩擦のセラミック材料として、室温から中低温領域で優れた機械的特性を有する窒化ケイ素焼結体及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】窒化ケイ素(Si_3N_4)は強度、靱性、耐食性、耐酸化性、耐熱衝撃性において優れた材料であるために、切削工具やガスタービン、軸受等に幅広く使用されている。さらに最近では、エンジン部品などの構造材料にも使用する研究が進められ、耐摩耗性、硬度など性能レベルが苛酷になりつつある。

【0003】例えば、高い耐摩耗性が要求されている特定の自動車部品や塑性加工用の工具に窒化ケイ素系複合材料を用いる場合には、超硬合金(WCからなる硬質粒子とCo等の結合相とからなるサーメット材料)やハイスのような従来の材料に比べ顕著に高い耐摩耗性が要求されている。

【0004】しかしながら、窒化珪素系の複合材料は、これらの材料に比べ高価であるとともに、耐摩耗性は、その価格レベルに見合うだけの満足したレベルにはないのが現状である。

【0005】なお、「窒化ケイ素系」とは、主結晶相と

して窒化ケイ素(Si_3N_4)及び/又はサイアロンを含むセラミックスを指す。また、「窒化ケイ素系の複合材料」とは、窒化ケイ素系セラミックスを主結晶とするマトリックス中に、それとは異なった成分を分散複合化させた材料をいう。

【0006】このような窒化ケイ素系材料においては、その特性をより一層向上させるために様々な研究が行われている。例えば、特開平11-139882号公報並びに特開平11-139874号公報には、窒化ケイ素粉末と金属チタン粉末とを素雰囲気中にて高加速度で混合することにより、微細な窒化ケイ素粒子と窒化チタン粒子とからなる複合粉末が得られ、この複合粉末を用いることにより、窒化チタン粒子が窒化ケイ素の粒成長を抑制し、微細な結晶構造で高強度の窒化ケイ素焼結体を製造できることが報告されている。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前述の窒化ケイ素焼結体は高強度を示すものの、機械構造用材料としての摩擦に関する特性、特に現在の省エネルギー化の傾向に関して最も期待されている無潤滑下での摩擦を低下させることについては未だ研究されていなかった。

【0008】一方、低摩擦係数を有する窒化ホウ素、硫化モリブデン、グラファイト等の固体潤滑剤を材料中に分散させる手法がよく知られている。このような手法では摩擦係数が0.2程度の材料が報告されている(特開平11-43372号公報)。しかし、いずれも相手材が Si_3N_4 等のセラミックス材料であり、鉄系のような金属部品と摩擦させると凝着等が支配的になり、その摩擦係数の低下には限界があった。

【0009】本発明は、このような従来の事情に鑑み、室温から中低温域で優れた機械的特性を有すると共に、低い摩擦係数を有し、耐摩耗性に優れた窒化ケイ素系焼結体及びその製造方法を提供することを目的とする。

【0010】

【課題を解決するための手段】本発明においては、 Si_3N_4 をマトリックスとして、鉄等との凝着が少なく、且つ硬質材料であるTiN、TiC、SiC等とカーボンあるいはグラファイトを組合せ、同種材のみならず、金属との摩擦摩耗特性を大幅に改善した材料を提供するものである。

【0011】本発明は、まず、窒化ケイ素とチタン系窒化物・炭化物及びグラファイトあるいはカーボン及びSiCからなる窒化ケイ素系複合焼結体であって、無潤滑中で摺動摩擦係数が0.2以下、比摩耗量が $4.0 \times 10^{-8} \text{ mm}^2/\text{N}$ 以下であることを特徴とする窒化ケイ素系複合焼結体である。一部のCはTi及びSiと反応し、TiC、SiCを形成する。また、チタン系窒化物とチタン系炭化物との一部は互いに固溶してTiCNを形成している。しかし、急速昇温によって焼結すること

10

20

30

40

50

によりCの反応が抑制され、焼結体内で微細なグラファイトあるいはカーボンの形で残って、焼結体の摺動摩擦係数を低下せしめる。又、Tiは焼結時におけるSi₃N₄やTiN、TiC、TiCNの結晶粒の成長を抑制でき、室温から中低温域（300℃以下）で優れた機械的強度を示し、優れた耐摩耗性を表す。このような窒化ケイ素系複合焼結体は下記の製造方法によって得られる。

【0012】すなわち、窒化ケイ素粉末と焼結助剤粉末、金属チタン粉末、グラファイトあるいはカーボン粉末を混合する工程と、混合粉末を成形し成形体とする工程と、該成形体を急速昇温して1300～1600℃で窒素雰囲気下にて焼結する工程とよりなる製造方法である。

【0013】金属チタン添加量は、5～60重量%。グラファイトあるいはカーボンの添加量は0.5～20重量%が好適である。

【0014】金属チタンが5重量%未満の場合には反応するTiの量が少な過ぎるために金属との凝着がおきやすくなり、摩擦係数が改善しない。また、金属Tiの添加量が60重量%を超えると反応するTiの量が多くなり、焼結体の色ムラ等が発生する他、機械的特性が低下するために好ましくない。

【0015】グラファイトあるいはカーボン量が20重量%を超えると、アブレッシブ摩耗が激しくなり、耐摩耗性が低下する。また、0.5重量%未満であると、固体潤滑剤であるCが不十分となり摩耗係数が増大する。

【0016】焼結助剤としてはY₂O₃粉末とAl₂O₃粉末等の一般的な焼結助剤を用いることができる。

【0017】混合は、ボールミル、超音波混合等、通常の混合方法を用いる。また、焼結は、Cの反応を抑制するために昇温速度50℃/min以上、最高到達温度での保持時間は10分以内が好ましい。CはTiと反応し、TiC、TiCNを形成するか、またはSi₃N₄中のSiと反応しSiCを形成する。平均粒径は、出発原料に依存するが、5μm以下が望ましい。本発明の材料は、Hel tz応力×摺動速度（kgf/mm・sec）が20000以下のときに優れた特性を発現する。Hel tz応力×摺動速度の値が、この値以上になるとアブレッシブ摩耗が激しくなり摩耗特性と耐摩耗性を両立させることが困難となる。

【0018】

【発明の実施の形態】次に本発明を実施例に基づいて説明する。

【0019】実施例1

平均粒径0.5μmのSi₃N₄粉末に、焼結助剤として2.5重量%のY₂O₃粉末、1重量%のAl₂O₃粉末を加え、これに平均粒径10μmの金属チタン40重量%と、平均粒径5μmのカーボン粉末を10重量%配合し、Si₃N₄ボールを用いたボールミルを用いて混合

し、混合粉末を得た。

【0020】得られた混合粉末は、カーボンダイスに充填した後通電焼結が可能な放電プラズマ焼結で、昇温速度100℃/min、保持時間5分で、表1に示す条件で焼結した。この際の温度測定は、ダイス表面の温度を二色温度計で測定した。

【0021】

【表1】

表1

	焼結温度
A*	1100
B*	1200
C	1400
D	1600
E*	1700

単位（℃）

*は比較例

【0022】得られた焼結体は、研削、ラッピング処理した後、XRDで組成を評価した他、ボールオンディスク試験機でφ5mmのSi₃N₄ボールを用い、無潤滑条件（25℃、大気、湿度60%）で、摺動速度（mm/sec）×Hel tz応力（kgf/mm²）8000の条件で、その摩擦係数と比摩耗量を評価した。以上の結果を表2に示す。

【0023】

【表2】

表2

	摩擦係数	比摩耗量 (×10 ⁻⁸ mm ² /N)
A*	0.6	8
B*	0.4	6
C	0.13	2
D	0.15	3
E*	0.6	5

*は比較例

【0024】実施例2

実施例1と同様に、平均粒径0.5μmのSi₃N₄粉末に、焼結助剤として2.5重量%のY₂O₃粉末、1重量%のAl₂O₃粉末を加え、これに平均粒径10μmの金属チタン粉末と平均粒径5μmのカーボン粉末を表3に示すように配合し、Si₃N₄ボールを用いたボールミルを用いて混合し、混合粉末を得た。

【0025】

【表3】

表3

	Si ₃ N ₄	Ti	C	焼結温度
1*	98	0	2	1450
2	93	5	2	1450
3	70	10	20	1450
4	69.5	30	0.5	1400
5	60	30	10	1400
6	50	30	20	1400
7*	40	30	30	1400
8	45	50	5	1350
9	35	60	5	1300
10*	10	70	20	1300

単位 (wt %)

*は比較例

【0026】得られた粉末は実施例1と同様、通電焼結が可能な放電プラズマ焼結で、表3の条件で焼結した。得られた焼結体は実施例1と同様な手法で評価した。この結果を表4に示す。

【0027】

【表4】

表4

	摩擦係数	比摩耗量 ($\times 10^{-8}$ mm ² /N)
1*	0.6	8
2	0.2	2
3	0.2	3
4	0.2	1
5	0.15	3
6	0.16	4
7*	0.4	9
8	0.2	3
9	0.2	3
10*	0.5	8

*は比較例

表5

	摺動 \times Hel t z 応力	摩擦係数	比摩耗量 ($\times 10^{-8}$ mm ² /N)
1	5000	0.15	2
2	20000	0.15	2
3	40000	0.5	5

【0031】この結果から、摺動速度 \times Hel t z 応力が20000 (kgf/mm \cdot sec) 以下では高い耐摩耗特性と低い摩擦係数を示すことが判る。

【0032】

【発明の効果】本発明は、室温から中低温域 (300℃以下) で優れた機械的強度を有し、低い摩擦係数を有

【0028】本結果からSi₃N₄、TiCN、C、SiCで構成された本材料は、低い摩擦係数と高い耐摩耗特性を示すことがわかる。

【0029】実施例3

実施例1-Cの試料で摺動速度 \times Hel t z 応力を表5に示すように変化させ、相手材をSUSボールとして同様な試験を行った。結果を表5に示す。

【0030】

【表5】

し、耐摩耗性に優れた窒化ケイ素系複合焼結体であり、各種機構部材や切削工具、摺動部材として有用なものである。又、製造方法では急速昇温による焼結によって、焼結時の粒成長を抑制することができて、上記のように優れた特性をもつ窒化ケイ素系複合焼結体を得ることができる。

フロントページの続き

Fターム(参考) 3C046 FF33 FF47

4G001 BA03 BA09 BA22 BA25 BA32
BA38 BA57 BA60 BA61 BB03
BB09 BB22 BB25 BB32 BB38
BB57 BB60 BC01 BC02 BC13
BC42 BC52 BC54 BD12 BD18
BE21

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2003-034580

(43)Date of publication of application : 07.02.2003

(51)Int.Cl.

C04B 35/584
B23B 27/14

(21)Application number : 2001-222815

(71)Applicant : SUMITOMO ELECTRIC IND LTD

(22)Date of filing : 24.07.2001

(72)Inventor : YOSHIMURA MASASHI

(54) SILICON NITRIDE-BASED COMPOSITE SINTERED BODY AND METHOD FOR PRODUCING THE SAME

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a silicon nitride-based composite sintered body having good mechanical properties in the range from room temperature to a low-to-medium temperature, a low coefficient of friction and good abrasion resistance, and to provide a method for producing the same.

SOLUTION: The silicon nitride-based composite sintered body comprises silicon nitride, titanium nitrides and carbides, graphite or carbon, and silicon carbide, is characterized in that it has a coefficient of sliding friction of 0.2 or less and specific abrasion loss of 4.0×10^{-8} mm²/N or less. The method for producing the silicon nitride-based composite sintered body comprises the steps for mixing silicon nitride powders, sintering aid powders, titanium metal powders, and graphite or carbon powders, molding the mixed powders to form moldings, and rapidly heating-up and sintering the moldings at a temperature of 1300-1600° C under nitrogen atmosphere.